

## **Claims of FR2393251**

1. Procedure for freezing drops of a liquid product, which is dripped rapidly into a cooling agent arranged in several places, each with horizontal distance, over a free surface part of the cooling agent, characterized by the fact that one uses a relatively deep layer of the cooling agent, which is contained in a container or a cask, and that one in such a manner ensures a relative horizontal movement between the drip off places and the cooling agent at the free surface part that one ensures horizontal distances between successive drops of everyone of the places mentioned, in the cooling agent layer.
2. Procedure according to claim 1, characterized by the fact that one takes the frozen drops of the liquid product out of the lower part of the container or cask by a delivery channel, which is connected with the lower part of the container and is extended upward to a place above the free surface part of the cooling agent.
3. Procedure according to one of the claims 1 or 2, characterized by the usage of a container or a cask, in which the inside of the surface part, which includes the free surface part of the cooling agent, is a rotation surface, and that one makes the cooling agents at the free surface part and the container or cask turn.
4. Procedure according to requirement 3, characterized by the fact that the turn is provided by means of a mixer, which is placed in the cooling agent.
5. Procedure according to one of the claims 3 or 4, characterized by the fact that one introduces the liquid product in drops from places, which are arranged along mutually concentric circles in circumferential direction with distance, which are coaxial to the surface of revolution.
6. An device to freeze drops of a liquid product, characterized in that it comprises a container or a tank intended to contain an extensive amount of cooling agent, with a dripping mechanism for dripping a liquid product rapidly into several places, each with horizontal distance, and a mechanism in order to ensure a relative horizontal movement between the drip off places and the cooling agent at its free surface part in such a way that a horizontal distance between the successive drops is ensured in the cooling agent layer.
7. Device according to claim 6, characterized by a delivery channel for the product, which is connected with the lower part of the container or cask and extends upward to a place above the free surface part of the cooling agent layer and is separate from the inside of the container in a depth range, which partly includes the depth of free surfaces.
8. Device according to claim 7, characterized by a conveyer system, which extends from the lower part of the container by the delivery channel up to a place above the free surface part of the cooling agent.
9. Device according to claim 8, characterized by the fact that the conveyer system is a conveyor screw.

10. Device according to one of the claims 6 to 9, characterized by the fact that the internal surface part of the container or cask, which includes the free surface part of the cooling agent, is a rotation surface, and that the mobile mechanism constitutes a mechanism, to make the cooling agent adjacent to the free surface turn.

11. Device according to claim 10, characterized by the fact that the rotation device is equipped with a mixer, which is placed in the container below the free surface part of the cooling agent.

12. Device according one of the requirements 10 or 11, characterized by the fact that the drip off places are arranged along mutually concentric circles in circumferential direction with distance, coaxially to the rotation surface.

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 393 251**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 78 03967**

(54)

Procédé et appareil pour congeler des gouttes d'un produit liquide.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>). F 25 D 3/10; A 23 L 3/36.

(22)

Date de dépôt ..... 13 février 1978, à 14 h 58 mn.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée au Danemark le 11 février 1977, n. 606/77 au nom de la demanderesse.*

(41)

Date de la mise à la disposition du  
public de la demande .....

B.O.P.I. — «Listes» n. 52 du 29-12-1978.

(71)

Déposant : Société dite : CHR. HANSEN'S LABORATORIUM A/S, résidant au Danemark.

(72)

Invention de : Niels Jørgen Tofte Jespersen et Børge Kringelum.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : André Lemonnier, Conseil en brevets, 4, boulevard Saint-Denis, 75010 Paris.

La présente invention concerne un procédé et un appareil pour congeler des gouttes d'un produit liquide tel que du sang, des cultures bactériennes, des levures, des concentrés de boisson, etc. de manière à fournir un produit congelé granulé.

5 Il est bien connu de produire un tel produit congelé à l'échelle du laboratoire en faisant tomber goutte à goutte le produit liquide à partir d'une pipette dans un réceptacle en forme de coupelle contenant un gaz liquéfié à bas point d'ébullition tel que de l'azote liquide. En raison de la faible température du gaz  
10 liquéfié ou du réfrigérant, les gouttes liquides se solidifient très rapidement lorsqu'elles viennent en contact avec le réfrigérant et les gouttes de liquide congelé se rassemblent au fond du récipient. De temps en temps, il est nécessaire d'interrompre le procédé de manière que le produit congelé puisse être retiré du fond du réci-  
15 pient au moyen d'une poche perforée ou ustensile analogue. En raison de son faible rendement et de sa nature discontinue, ce procédé connu ne convient naturellement pas pour être utilisé à l'échelle industrielle.

Un procédé de congélation au goutte à goutte permettant  
20 un taux de production élevé est cependant connu par la description du brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 3.344.617. Conformément au procédé décrit dans ce brevet, un produit liquide à congeler est déversé goutte à goutte dans un courant peu profond d'un liquide cryogénique ou d'un réfrigérant à partir d'une pluralité de positions  
25 de chute goutte à goutte. Le courant de réfrigérant entraîne les gouttes liquides et ainsi les retire en continu de l'emplacement se trouvant en-dessous des positions d'écoulement goutte à goutte où elles viennent initialement en contact avec le réfrigérant et les gouttes congelées sont ultérieurement séparées du courant de  
30 réfrigérant. Le retrait en continu des gouttes liquides des emplacements où elles viennent initialement en contact avec le courant de réfrigérant empêche que les gouttes liquides consécutives viennent en contact les unes avec les autres et adhèrent les unes aux autres même si le taux auquel s'effectue l'écoulement goutte à goutte ou  
35 la fréquence d'écoulement goutte à goutte est élevé. En conséquence, ce procédé connu permet un taux de production très élevé. Toutefois, la circulation en continu du réfrigérant sous forme d'un courant peu profond signifie la perte par évaporation d'une quantité relative-

ment importante de réfrigérant. De plus, des moyens spéciaux pour séparer les gouttes de liquide congelées du courant de réfrigérant sont nécessaires et, dans le cas où on utilise une pompe pour assurer ledit courant de réfrigérant, cette pompe peut poser des  
5 problèmes en raison de la température normalement extrêmement basse du réfrigérant à pomper.

La présente invention a pour objet un procédé pour congeler des gouttes d'un produit liquide, ledit procédé consistant à former des gouttes en une pluralité d'emplacements espacés horizontalement  
10 au-dessus d'une partie présentant une surface libre d'une masse profonde de réfrigérant contenue dans un récipient ou une cuve, à faire tomber lesdites gouttes à partir de chacun desdits emplacements dans ledit réfrigérant sous forme d'une succession rapide et à assurer un mouvement horizontal relatif entre lesdits emplacements  
15 de formation des gouttes et le réfrigérant dans ladite partie présentant une surface libre de manière à assurer dans ladite masse de réfrigérant un espacement horizontal entre les gouttes consécutives provenant de chacun desdits emplacements.

Dans le procédé conforme à l'invention, le réfrigérant  
20 utilisé est renfermé dans un récipient ou cuve sous une quantité telle que soit formée dans celui-ci une couche liquide épaisse de réfrigérant. En raison du mouvement horizontal relatif entre les emplacements de formations des gouttes et le réfrigérant dans la partie présentant une surface libre de ce dernier, les gouttes  
25 peuvent être formées avec une fréquence élevée sans aucun risque substantiel que des gouttes consécutives non congelées viennent en contact les unes avec les autres et adhèrent les unes aux autres. Les gouttes congelées séparées descendent vers le fond à travers la masse de réfrigérant et se rassemblent dans la partie  
30 inférieure du récipient ou de la cuve d'où elles peuvent être retirées par un moyen convenable. Le récipient ou cuve est de préférence isolé thermiquement de manière à éviter une perte par évaporation anormale du réfrigérant.

L'écoulement goutte à goutte aux emplacements de formation  
35 des gouttes peut être arrêté de temps en temps et les gouttes liquides recueillies dans la partie inférieure du récipient peuvent alors être retirées par des moyens convenables, par exemple au moyen d'une poche perforée. Toutefois, afin d'obtenir une production

en continu de gouttes congelées et de réduire encore plus la perte par évaporation du réfrigérant, le procédé conforme à l'invention peut comprendre de plus le retrait des gouttes congelées dudit produit liquide à partir de la partie inférieure dudit récipient ou cuve par un passage d'évacuation communiquant avec ladite partie 5 inférieure du récipient et s'étendant vers le haut jusqu'à une position au-dessus de la partie formant une surface libre du réfrigérant. Les gouttes congelées peuvent être retirées manuellement par le passage d'évacuation, par exemple au moyen d'une poche perforée ou d'un autre ustensile convenable. Ces gouttes congelées 10 sont toutefois de préférence extraites en continu ou de manière intermittente au moyen d'un transporteur tel qu'un transporteur à vis s'étendant dans le passage d'évacuation et dans la partie inférieure du récipient ou de la cuve.

Le mouvement horizontal relatif entre les emplacements de 15 formation des gouttes et le réfrigérant dans la partie présentant une surface libre de ladite masse de réfrigérant peut être obtenu de toute manière convenable. La partie de la surface interne du récipient ou de la cuve délimitant la partie présentant une surface libre du réfrigérant peut toutefois être une surface de révolution 20 et dans ce cas ledit mouvement relatif peut être obtenu en entraînant en rotation ledit réfrigérant au voisinage de la partie présentant une surface libre de la masse du réfrigérant et par rapport audit récipient ou cuve. Le mouvement rotationnel du réfrigérant peut alors être adapté, par rapport au taux ou à la fréquence de 25 formation des gouttes à chacun des emplacements de formation des gouttes, de manière telle que les gouttes consécutives soient décalées horizontalement les unes par rapport aux autres, ce par quoi le risque que certaines des gouttes non congelées ou partiellement congelées viennent en contact les unes avec les autres et adhèrent 30 les unes aux autres est très notablement réduit. En principe, ladite rotation du réfrigérant peut être obtenue de différentes manières, par exemple en soumettant le réfrigérant se trouvant dans le récipient à des jets de réfrigérant dirigés tangentiellement. Toutefois, ladite rotation est de préférence assurée au moyen d'une hélice 35 disposée dans le réfrigérant. L'hélice peut être disposée à une distance substantielle en dessous de la partie du réfrigérant formant surface libre afin d'éviter que l'hélice vienne en contact avec des gouttes qui ne soient pas complètement congelées ou solidifiées. En

raison du déplacement rotationnel relatif entre les couches liquides, l'hélice doit normalement être entraînée en rotation à une vitesse angulaire plus élevée que celle recherchée pour la couche de réfrigérant voisine de la partie présentant la surface libre de la masse  
5 de réfrigérant.

Conformément à l'invention, les emplacements de formation des gouttes sont de préférence espacés angulairement le long de cercles mutuellement concentriques coaxiaux avec ladite surface de révolution.

10 L'invention concerne également un appareil pour congeler des gouttes d'un produit liquide, ledit appareil comprenant un récipient ou cuve pour contenir une masse profonde de réfrigérant, des moyens d'écoulement goutte à goutte positionnés au-dessus d'une partie présentant une surface libre de ladite masse de réfrigérant  
15 se trouvant dans ledit récipient et adaptés pour former des gouttes dudit produit liquide sous forme d'une succession rapide à chaque emplacement d'une pluralité d'emplacements espacés horizontalement et des moyens pour assurer un mouvement horizontal relatif entre lesdits emplacements de formation des gouttes et le réfrigérant  
20 se trouvant dans ladite partie présentant une surface libre de manière à assurer dans ledit corps de réfrigérant un espacement horizontal entre les gouttes successives provenant de chacun desdits emplacements.

L'invention sera maintenant décrite plus en détail ci-après  
25 avec référence aux dessins ci-annexés dans lesquels :

Fig. 1 est une vue en élévation latérale et coupe partielle d'un mode de réalisation de l'appareil conforme à l'invention, et

Fig. 2 est une vue en plan de l'appareil représenté dans la figure 1.

30 L'appareil représenté dans les dessins comporte un récipient sensiblement cylindrique ouvert vers le haut 10 comportant une partie inférieure en forme d'entonnoir 11 formant dans son fond un canal incliné 12 s'étendant vers le haut et se prolongeant par un orifice d'évacuation cylindrique 13. Un transporteur à vis 14 qui  
35 est entraîné par un moteur électrique 15 est disposé dans le canal 12 et le passage d'évacuation 13. L'appareil est supporté par un bâti avec des pieds 16 et un réfrigérant ou un liquide cryogénique est emmagasiné dans la partie inférieure du récipient 10 et du

passage de décharge 13. Le réfrigérant est de préférence de l'azote liquéfié mais peut également être tout autre gaz ou mélange gazeux liquéfié tel que de l'air liquide ou du gaz carbonique liquéfié. Toutefois, dans le cas du gaz carbonique, il est nécessaire d'utiliser un récipient ou une cuve dans lequel règne une pression supérieure à la pression atmosphérique.

Un ensemble de tubes souples ou rigides 18 pour l'écoulement goutte à goutte du liquide dont les extrémités externes sont montées dans des trous dans une plaque de montage 19 est positionné au-dessus de l'extrémité ouverte du récipient 10. Ces trous sont de préférence disposés le long d'un certain nombre de cercles concentriques qui sont co-axiaux avec le récipient 10 comme représenté dans la figure 2. Le produit liquide, tel qu'une culture bactérienne, qui doit être congelé, est alimenté à ces tubes d'écoulement goutte à goutte 18 à partir d'un réservoir (non représenté). Le produit liquide peut, par exemple, être alimenté au moyen d'une pompe péristaltique, avec un débit tel que le produit liquide s'écoule goutte à goutte à partir de l'extrémité libre de chacun des tubes 18 avec un taux d'écoulement goutte à goutte ou une fréquence de goutte convenable. Les gouttes 20 engendrées de cette manière tombent dans le réfrigérant 17 se trouvant dans le récipient 10 où les gouttes sont refroidies de manière si efficace qu'elles se congèlent et se solidifient. Les gouttes congelées descendent alors à travers le réfrigérant liquide 17 dans la partie inférieure 11 du récipient où les gouttes se réunissent dans le canal 12. Le transporteur à vis 14 est entraîné en rotation de manière continue ou intermittente par le moteur électrique 15, ce par quoi les gouttes de liquide congelées sont transportées vers le haut à travers le passage d'évacuation 13 puis vers l'extérieur à travers une goulotte d'évacuation 21 formée sur le passage 13.

Une hélice 22 peut être disposée dans le récipient 10 à un niveau inférieur à celui de la surface libre du réfrigérant 17. Dans le mode de réalisation représenté dans le dessin l'hélice est formée par une plaque rectangulaire allongée ou une bande. L'hélice 22 est montée sur un arbre vertical 23 qui peut être entraîné en rotation au moyen d'un moteur électrique 24 et d'une courroie d'entraînement 25. La rotation de l'hélice 22 à une vitesse angulaire convenable peut, sans donner naissance à une turbulence

désavantageuse, engendrer un mouvement rotationnel de la couche de liquide réfrigérant voisine de la partie présentant une surface libre ou de la masse du réfrigérant 17 tel que les gouttes liquides 20 ne viennent pas en contact les unes avec les autres dans le réfrigérant 17 avant qu'elles ne soient congelées ou solidifiées complètement de sorte qu'elles n'ont pas tendance à adhérer les unes aux autres. Les gouttes liquides 20 tombant en continu dans le réfrigérant 17 apportent de la chaleur à celui-ci. Cet apport calorifique en combinaison avec l'apport calorifique qui se produit inévitablement à travers les parois du récipient 10 et du passage d'évacuation 13, fait que le réfrigérant 17, qui a un point d'ébullition extrêmement bas, se trouve porté à l'ébullition de sorte que du réfrigérant est perdu en continu ou consommé en raison de l'évaporation. En conséquence, du réfrigérant est de préférence alimenté en continu au récipient ou à la cuve 10 par un tube d'alimentation 26 de manière que le niveau du liquide dans le récipient 10 et dans le passage d'évacuation 13 soit sensiblement maintenu. Afin de réduire l'apport de calories au réfrigérant et, en conséquence, l'évaporation de celui-ci, le récipient 10 et le passage d'évacuation 13 sont, de préférence, munis d'une couche d'isolation thermique convenable 27.

On doit noter qu'avec l'appareil conforme à l'invention, il est possible d'éliminer le produit congelé fini sous forme d'un matériau granulaire sans interruption du procédé de congélation et sans influencer la condition dans la zone de congélation réalisée dans le récipient ou la cuve 10.

En principe tout réfrigérant peut être utilisé avec l'appareil conforme à l'invention sous réserve qu'il ait une température suffisamment basse. De plus, le produit liquide à congeler peut être d'un type quelconque sous réserve que le poids spécifique des gouttes de liquide congelées soit supérieur au poids spécifique du réfrigérant. On doit également noter que les gouttes de liquide congelées n'ont pas nécessairement besoin d'être retirées du récipient au moyen d'un transporteur à vis et que d'autres types de moyens d'évacuation automatique peuvent être au contraire utilisés. A titre d'exemple, on peut utiliser un transporteur à chaîne muni de moyens transporteurs convenables ou un transporteur à courroie. Les gouttes de liquide congelées peuvent alternativement être

retirées à la main au moyen d'un instrument convenable.

On doit comprendre que différentes modifications et changements peuvent être apportés à l'appareil décrit ci-dessus sans sortir du domaine de la présente invention telle que définie 5 dans les revendications ci-après.

## R E V E N D I C A T I O N S

1.- Un procédé de congélation de gouttes d'un produit liquide, caractérisé en ce que l'on forme des gouttes en une pluralité d'emplacements espacés horizontalement au-dessus d'une partie présentant une surface libre d'une masse profonde de réfrigérant  
5 contenue dans un récipient ou une cuve, fait tomber individuellement lesdites gouttes à partir de chacun desdits emplacements dans ledit réfrigérant sous forme d'une succession rapide et assure un mouvement horizontal relatif entre lesdits emplacements de formation des gouttes et le réfrigérant constituant ladite partie présentant une surface libre de manière à réaliser dans ladite masse  
10 de réfrigérant un espacement horizontal entre les gouttes consécutives provenant de chacun desdits emplacements.

2.- Un procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on retire de plus les gouttes congelées dudit produit liquide  
15 à partir de la partie inférieure dudit récipient ou de ladite cuve par un passage d'évacuation communiquant avec ladite partie inférieure du récipient et s'étendant vers le haut jusqu'à une position au-dessus de ladite partie présentant une surface libre du récipient.

3.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 1  
20 et 2, caractérisé en ce que la partie de la surface interne du récipient ou de la cuve délimitant ladite partie présentant une surface libre du réfrigérant, est une surface de révolution, ledit procédé consistant de plus à entraîner en rotation le réfrigérant au voisinage de ladite partie présentant une surface libre par  
25 rapport audit récipient ou cuve.

4.- Un procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que ladite rotation est assurée au moyen d'une hélice disposée dans ledit réfrigérant.

5.- Un procédé selon l'une quelconque des revendications 3  
30 et 4, caractérisé en ce que lesdits emplacements de formation des gouttes sont disposés en étant espacés angulairement le long de cercles mutuellement concentriques coaxiaux avec ladite surface de révolution.

6.- Un appareil pour congeler des gouttes d'un produit  
35 liquide, caractérisé en ce qu'il comporte un récipient ou une cuve destiné à contenir une masse profonde de réfrigérant, des moyens distributeurs goutte à goutte positionnés au-dessus d'une partie présentant une surface libre de ladite masse de réfrigérant se

trouvant dans ledit réceptacle, ces moyens étant adaptés pour former des gouttes dudit produit liquide se succédant rapidement dans chaque emplacement d'une pluralité d'emplacements espacés horizontalement et des moyens pour assurer un mouvement horizontal relatif 5 entre lesdits emplacements de formation des gouttes et le réfrigérant constituant ladite partie présentant une surface libre de manière à réaliser dans ladite masse de réfrigérant un espacement horizontal entre les gouttes consécutives provenant de chacun desdits emplacements.

10 7.- Un appareil selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comporte de plus un passage d'évacuation du produit communiquant avec la partie inférieure dudit récipient ou cuve et s'étendant vers le haut jusqu'à une position au-dessus de ladite partie 15 présentant une surface libre de la masse de réfrigérant, ledit passage d'évacuation étant séparé de la partie interne dudit réceptacle dans une gamme de niveaux incluant le niveau de ladite partie présentant une surface libre.

20 8.- Un appareil selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'il comporte de plus un transporteur s'étendant à partir de ladite partie inférieure du récipient à travers ledit passage d'évacuation et jusqu'à une position au-dessus de ladite partie présentant une surface libre du réfrigérant.

9.- Un appareil selon la revendication 8, caractérisé en ce que le transporteur est un transporteur à vis.

25 10.- Un appareil selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, caractérisé en ce que la partie de la surface interne du récipient ou de la cuve délimitant ladite partie présentant une surface libre du réfrigérant, est une surface de révolution, lesdits 30 moyens de mise en mouvement comprenant des moyens pour mettre en rotation le réfrigérant au voisinage de ladite partie présentant une surface libre.

11.- Un appareil selon la revendication 10, caractérisé en ce que ledit moyen de mise en rotation comprend une hélice disposée dans ledit réceptacle en dessous de ladite partie présentant une 35 surface libre du réfrigérant.

12.- Un appareil selon l'une quelconque des revendications 10 et 11, caractérisé en ce que les emplacements de formation des gouttes sont disposés en étant espacés angulairement le long de cercles concentriques coaxiaux avec ladite surface de révolution.

Fig. 1.

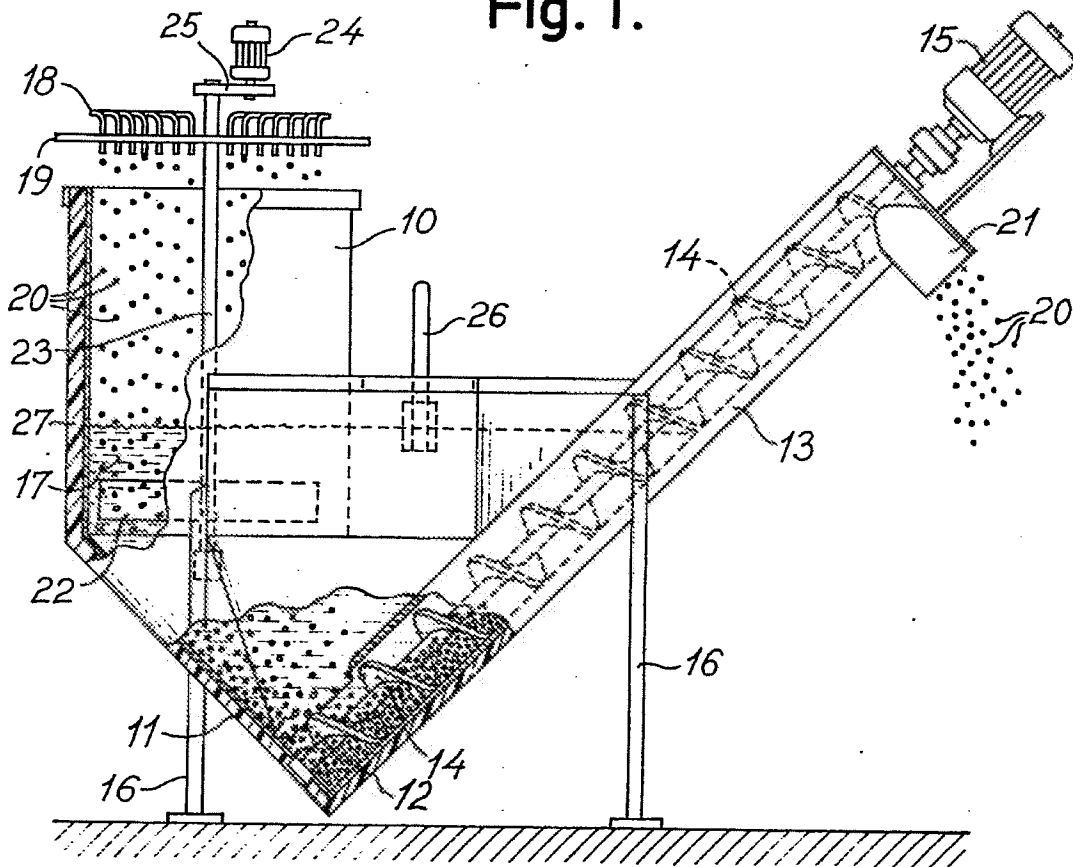


Fig. 2.

